

1/5/1

DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI

(c)1999 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

004463631

WPI Acc No: 85-290509/198547

XRAM Acc No: C85-125808

**Laundrying additives in tablet form - contg. granulated activator powder and polymeric disintegrators**

Patent Assignee: HENKEL KGAA (HENK )

Inventor: CARCUDK F J; KOSTER K; KRUSE H; PUCHTA R; WILSBURG H M

Number of Countries: 014 Number of Patents: 007

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
DE 3417820	A	19851114	DE 3417820	A	19840514		198547 B
JP 60252699	A	19851213	JP 85103614	A	19850514		198605
EP 170791	A	19860212	EP 85105496	A	19850506		198607
ES 8607382	A	19861101	ES 543071	A	19850513		198701
US 4642197	A	19870210	US 85733669	A	19850513		198708
EP 170791	B	19880810					198832
DE 3564286	G	19880915					198838

Priority Applications (No Type Date): DE 3417820 A 19840514

Cited Patents: DE 2263939; DE 2535183; DE 2857153

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing	Notes	Application	Patent
--------	------	-----	----	--------	-------	-------------	--------

DE 3417820	A		17				
------------	---	--	----	--	--	--	--

EP 170791	A	G					
-----------	---	---	--	--	--	--	--

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

EP 170791	B	G					
-----------	---	---	--	--	--	--	--

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB IT LI NL

Abstract (Basic): DE 3417820 A

Laundry additives in tablet form are prepd. by mixing and moulding a per-cpd. activator, and tablet forming aids by (a) granulating activator powder together with non-ionic tensides with n-contg. cpds. taken from ammonium cpds., fatty amine derivs. or aminopropionic acid derivs. comprising gps. with the tableting process aids and opt. with water soluble salts of an alkane polyphosphonic acid, (b) powdering the granulate with a powder form adsorption agent, (c) spraying with a liquid binder, (d) drying to at most 6% water content, (e) adding a tablet disintegrating agent, (f) pressing the tablet in a form, wt., and density chosen to increase the washing efficiency, with the tablets completely and rapidly dissolved.

Pref. 1-5wt.% of a granulating disintegrating agent is added and the dry granulate pressed at 500-1000 kg/sq. cm to a tablet with a diameter of more than 30 mm and length of 0.75-1.1 times the diameter amounting to at least 25 mm, with a density of 0.8-1.2 g/cc and a breaking strength of 6-12 kg. The dry granulate pref. contains 10-20wt.% of a tablet disintegrating agent or a mixt. of two such, esp. a mixt. of crosslinked polyvinylpyrrolidone and/or cellulose ethers and/or swellable magnesium aluminium silicate.

ADVANTAGE - The laundrying additives have improved effectiveness for the removal of bleachable, fatty, oil or pigmented staining. They are rapidly and completely dissolved, easily measured and leave no residue after laundering.

Title Terms: LAUNDER; ADDITIVE; TABLET; FORM; CONTAIN; GRANULE; ACTIVATE; POWDER; POLYMERISE; DISINTEGRATE

Derwent Class: A97; D25; E19

International Patent Class (Additional): C11D-003/30; C11D-007/54;

C11D-017/00

File Segment: CPI

*This Page Blank (uspto)*



DEUTSCHES  
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: P 34 17 820.1  
22 Anmeldetag: 14. 5. 84  
43 Offenlegungstag: 14. 11. 85

71 Anmelder:  
Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:  
Kruse, Hans, 4052 Korschenbroich, DE; Köster,  
Klaus, Dr., 4018 Langenfeld, DE; Carduck,  
Franz-Josef, Dr., 5657 Haan, DE; Wilsberg,  
Heinz-Manfred, 5000 Köln, DE; Puchta, Rolf, Dr., 5657  
Haan, DE

54 Verfahren zur Herstellung eines Waschzusatzes in Tablettenform

Ein pulverförmiger Aktivator für Perverbindungen wird zusammen mit nichtionischen Tensiden, mit bestimmten stickstoffhaltigen Verbindungen und gegebenenfalls mit dem wasserlöslichen Salz einer Alkanpolyphosphonsäure unter Vermischen granuliert. Das so erhaltene Granulat wird mit einem pulverförmigen Adsorptionsmittel bepudert und mit einem flüssigen Bindemittel besprüht. Das auf einen Wassergehalt von höchstens 6 Gew.-% getrocknete Granulat wird dann nach Zugabe eines Tablettsprengmittels unter speziellen Bedingungen zu Tabletten mit besonderen Eigenschaften verpreßt. Die Tabletten bewirken bei Zusatz zu einer Waschlauge, die ein übliches Waschmittel enthält, eine verbesserte Entfernung von fettigen/ölgigen, Pigment- und bleichbaren Verschmutzungen.

DE 3417820 A1

P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. Verfahren zur Herstellung eines Waschzusatzes in Tablettenform, bei dem man einen Aktivator für Perverbindungen und übliche Tablettierungshilfsmittel miteinander vermischt und formt, dadurch gekennzeichnet, daß man den pulverförmigen Aktivator zusammen mit nichtionischen Tensiden, mit stickstoffhaltigen Verbindungen aus der quartäre Ammoniumverbindungen, Fettaminderivate bzw. Aminopropionsäurederivate umfassenden Gruppe mit den Tablettierungshilfsmitteln und gegebenenfalls mit dem wasserlöslichen Salz einer Alkanpolyphosphonsäure unter Vermischen granuliert, das Granulat mit einem pulverförmigen Adsorptionsmittel bepudert und mit einem flüssigen Bindemittel besprüht, anschließend das Granulat auf einen Wassergehalt von höchstens 6 Gew.-% trocknet und hieraus nach Zugabe eines Tablettensprengmittels Tabletten, deren Form, Gewicht und Dichte so gewählt wird, daß die Tabletten einen für einen Waschgang ausreichenden Gehalt an waschkraftsteigernden Wirkstoffen aufweisen und die Tabletten von den Wäschestücken während des Waschvorganges mit umgewälzt werden, so daß die Tabletten sich schnell und vollständig auflösen, preßt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man vor der Bildung des Granulats 1 bis 5 Gew.-%, bezogen auf das Granulat ohne Schutzschicht, eines Granulat-Sprengmittels zusetzt.

...

3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man dem getrockneten Granulat vor dem Verpressen 10 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Granulat, eines Tablettensprengmittels, vorzugsweise eines
- 5 Gemisches aus zwei verschiedenen Tablettensprengmitteln, insbesondere eines Gemisches aus vernetztem Polyvinylpyrrolidon und/oder Celluloseethern und/oder quellfähigem Magnesiumaluminiumsilikat, zusetzt.
- 10 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß man im Fall der Zumischung von zwei verschiedenen Tablettensprengmitteln vernetztes Polyvinylpyrrolidon im Gemisch mit Celluloseethern und/oder quellfähigem Magnesiumaluminiumsilikat im Gewichtsverhältnis 8 : 1
- 15 bis 2 : 1 zusetzt.
- 20 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man aus dem getrockneten Granulat bei einem Druck von 500 bis 1000 kp/cm<sup>2</sup> Tabletten mit einem Durchmesser von mehr als 30 mm und einer Höhe, die das 0,75- bis 1,1-fache des Tablettendurchmessers, wenigstens aber 25 mm beträgt, mit einer Dichte von 0,8 bis 1,2 g pro cm<sup>3</sup> und einer Bruchfestigkeit von 6 bis 12 kg verpreßt.
- 25 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man wenigstens einen Aktivator für Perverbindungen mit wenigstens einem C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkoholethoxylat, mit wenigstens einer stickstoffhaltigen Verbindung aus der quartäre Ammoniumverbindungen mit einem C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Alkyl- oder Alkenylrest und in
- 30 übrigen C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylresten, Anlagerungsprodukte von 1 bis 6 Mol Ethylenoxid an 1 Mol eines primären Fettamins mit einem C<sub>10</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkyl- oder Alkenylrest, β-Aminoalkyl- oder alkenylpropionsäure-Natrium-
- 35

...

- 5     salz der Formel  $R-NH-CH_2-CH_2-COONa$ , in der R einen  $C_{10}$  - bis  $C_{16}$ -Alkyl- oder Alkenylrest bedeutet, umfassenden Gruppe und gegebenenfalls mit einer wäßrigen Lösung eines Salzes einer Alkanpolyphosphonsäure unter Vermischen granuliert.
- 10    7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Granulatbildung unter Zugabe eines oder mehrerer wasserunlöslicher oder wasserlöslicher pulveriger Trägermaterialien für die flüssigen oder pastösen Wirkstoffbestandteile vornimmt.
- 15    8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man das Granulat so mit einem feindispersen inerten Material und/oder einem feinteiligen Adsorptionsmittel bepudert und mit einer Zuckertlösung, vorzugsweise mit einer Rohrzucker- oder Sorbitlösung besprüht, daß das Granulat nach dem Trocknen
- 20    auf einen Wassergehalt von höchstens 6 Gew.-% mit Luft mit einer Temperatur von höchstens 90 °C gut rieselfähig ist und eine äußere Schicht aus im wesentlichen inertem Material und/oder Adsorptionsmittel und Zucker aufweist.
- 25    9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man ein nichtionisches Tensid vom Typ Fettalkohol- oder insbesondere Oxoalkoholethoxylat mit 12 bis 18, vorzugsweise 14 bis 15 Kohlenstoffatomen und 3 bis 10, vorzugsweise 6 bis 8 und insbesondere etwa 7 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol verwendet.
- 30

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man eine quartäre von Ammoniak abgeleitete Ammoniumverbindung mit einem C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Alkyl- oder Alkenylrest, vorzugsweise einem C<sub>10</sub>- bis C<sub>16</sub>- und insbesondere einem C<sub>14</sub>-Alkyl- oder Alkenylrest und im übrigen drei Methylgruppen, vorzugsweise Tetradecyltrimethylammoniumbromid verwendet.
- 10 11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man ein wasserlösliches Salz von Alkanpolyphosphonsäuren aus der Gruppe der Phosphono- alkanpolyphosphonsäuren und der amino- und hydroxysubstituierten Alkanpolyphosphonsäuren, insbesondere Alkalisalze der Amino-tris-(methylenphosphonsäure), Dimethylaminomethandiphosphonsäuren, 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, 1-Phosphonoethan-1,2-dicarbonsäure, 2-Phosphonobutan-1,2,4-tricarbonsäure und vorzugsweise das Hexanatriumsalz der Ethylendiaminotetramethylenphosphonsäure verwendet.

4000 Düsseldorf, den 11.05.1984  
Henkelstraße 67

5

3417820

HENKEL KGaA  
ZR-FE/Patente  
Dr. Ms/Ne

P a t e n t a n m e l d u n g  
D 7047

"Verfahren zur Herstellung eines Waschzusatzes in  
Tablettenform"

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Her-  
5 stellung eines Waschzusatzes mit Wirkstoffen zur Ver-  
besserung der Auswaschbarkeit von bleichbaren Anschmut-  
zungen, von fett- oder ölartigen Anschmutzungen und von  
Pigmentverschmutzungen, wobei der Waschzusatz bei der  
Herstellung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren in Form  
10 einer Tablette erhalten wird.

Tablettenförmige Waschzusätze sind seit langem bekannt.  
Als Wirkstoffe enthalten die Waschzusatz-Tabletten häufig  
allein oder in Kombination mit anderen Wirkstoffen und  
15 üblichen Tablettierungshilfsmitteln einen Bleichaktiva-  
tor für Perverbindungen. Ein solches Produkt ist bei-  
spielsweise in der DE-OS 22 63 939 beschrieben. Bleichak-  
tivatoren bewirken im Zusammenspiel mit den in den moder-  
nen Universalwaschmitteln normalerweise vorhandenen Per-  
20 verbindungen eine verbesserte Entfernung von bleichbaren  
Flecken. Die Waschmittel enthalten zwar in der Regel ne-  
ben Perverbindungen auch Bleichaktivatoren; bei der Lage-  
rung der Waschmittel, die gleichzeitig Perverbindungen  
und Aktivatoren enthalten, treten aber häufig dadurch  
25 Schwierigkeiten auf, daß der Bleichaktivator vorzeitig  
auf die Perverbindungen einwirkt und es so zu einem

...



Wirkungsverlust der Perverbindungen kommen kann. Bei der Wäsche von stark verschmutzter Kleidung, wie beispielsweise Berufskleidung, wird außer auf eine einwandfreie Entfernung von bleichbaren Anschmutzungen auch auf die

5 Entfernung von fett- oder öartigen Verschmutzungen und von Pigmentverschmutzungen Wert gelegt. Zur Verbesserung der Entfernung der genannten Schmutzarten sind daher auch Waschzusätze beschrieben worden, die außer einem Bleich-

10 aktivator zusätzlich nichtionische Tenside, bestimmte quartäre Ammoniumverbindungen zur Waschkraftverstärkung und gegebenenfalls organische Phosphonsäurederivate enthalten (siehe DE-OS 28 57 153). Die zuletzt genannte Patentanmeldung betrifft Waschzusätze, bei denen die ge-

15 nannte Wirkstoffkombination auf einem flexiblen Träger aufgetragen ist. Der mit Wirkstoffen beladene Träger wird beim Waschen der Wäsche mit in die Waschmaschine gegeben, wo er im Laufe des Waschvorganges seine Wirkung entfaltet. Nach Beendigung des Waschvorganges verbleibt der flexible Träger für die Wirkstoffe in der Wäsche und muß

20 aus dieser aussortiert werden.

Tablettenförmige Waschzusätze sind häufig empfindlich gegenüber mechanischer Beanspruchung oder sie lösen sich nicht schnell genug oder nur unvollständig auf, wenn man

25 die Tablettenzusammensetzung und -herstellung so wählt, daß die Tabletten mechanisch ausreichend stabil sind. Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher ein Verfahren zur Herstellung eines Waschzusatzes in Tabletten-

30 übliche Tablettierungshilfsmittel miteinander vermischt und formt, bereitzustellen. Der erfindungsgemäße Waschzusatz soll die Wirkstoffe in aufeinander abgestimmten Mengenverhältnissen und in der auf das Fassungsvermögen

...

14 05 04

3417820

Patentanmeldung D 7047

- 3 -  
7

HENKEL KGaA  
ZR-FE/Patente

einer Waschmaschine abgestimmten Menge enthalten und nach dem Waschen nicht aus der Wäsche aussortiert werden müssen. Der Waschzusatz soll zudem so stabil sein, daß man ihn bequem handhaben kann; er muß sich außerdem in  
5 der Waschflotte rasch und vollständig auflösen.

Die Aufgabe wurde erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man den pulverförmigen Aktivator zusammen mit nichtionischen Tensiden, mit stickstoffhaltigen Verbindungen aus der  
10 quartären Ammoniumverbindungen, Fettaminderivate bzw. Aminopropionsäurederivate umfassenden Gruppe, mit den Tablettierungshilfsmitteln und gegebenenfalls mit dem wasserlöslichen Salz einer Alkanpolyphosphonsäure unter Vermischen granuliert, das Granulat mit einem pulverförmigen  
15 Adsorptionsmittel bepudert und mit einem flüssigen Bindemittel besprüht, anschließend das Granulat auf einen Wassergehalt von höchstens 6 Gew.-% trocknet und hieraus nach Zugabe eines Tabletzensprengmittels Tabletten, deren Form, Gewicht und Dichte so gewählt wird, daß die Ta-  
20 bletten einen für einen Waschgang ausreichenden Gehalt an waschkraftsteigernden Wirkstoffen aufweisen und die Tabletten von den Wäschestücken während des Waschvorganges mit umgewälzt werden, so daß die Tabletten sich schnell und vollständig auflösen, preßt. Durch die erfindungsgemäßen Verfahrensmerkmale wird gewährleistet, daß die Ta-  
25 blette einerseits eine Stabilität aufweist, die verhindert, daß die Tablette vor dem Gebrauch in der Waschmaschine zerfällt. Andererseits weisen erfindungsgemäß hergestellte Waschzusätze in der Waschmaschine eine aus-  
30 reichende Auflösbarkeit auf. Die Verfahrensmaßnahmen bewirken außerdem, daß man Tabletten erhält, die auch in der feuchten Luft einer Waschküche eine einwandfreie Lagerung über längere Zeit gewährleisten. Durch das Bepudern und das Besprühen des Granulats mit einem flüssigen  
35 Bindemittel wird außerdem bewirkt, daß die Oberfläche des die Wirkstoffe enthaltenden Granulats weitgehend oder vollständig abgedeckt ist.

...

Bei der erfindungsgemäßen Herstellung des Waschzusatzes stellt man zunächst ein die Wirkstoffe enthaltendes Granulat her, das gegebenenfalls zusätzlich ein wasserlösliches oder wasserunlösliches pulveriges Trägermaterial für die flüssigen oder pastösen Wirkstoffbestandteile und gegebenenfalls ein Granulat-Sprengmittel enthält. Dieses Granulat enthält also bereits alle Wirkstoffe und darüber hinaus noch Hilfsmittel, die der sicheren Herstellung und Handhabung dienen.

Die Herstellung des Granulats kann nach bekannten Granulierverfahren erfolgen, beispielsweise in einem Mischer oder in der Wirbelschicht. Bewährt hat sich ein Mischer der Fa. Lödige, Paderborn, Bundesrepublik Deutschland. In einem solchen Mischer sprüht man vorzugsweise die flüssigen bzw. gelösten bzw. durch Erwärmen verflüssigten Wirkstoffe bzw. Hilfsstoffe auf die pulverförmigen Wirkstoffe bzw. Hilfsstoffe auf. Es bildet sich dabei ein Granulat aus, das alle Wirkstoffe, auf die später näher eingegangen wird, und einige Hilfsstoffe, wie z. B. Trägerstoffe für flüssige Bestandteile und/oder 1 bis 5 Gew.-% eines Granulat-Sprengmittels, bezogen auf das Granulat ohne Schutzschicht, enthält. Die Zugabe eines Granulat-Sprengmittels bewirkt einen schnelleren Zerfall des Granulat-Korns in der Waschflotte und ist daher bevorzugt. In vielen Fällen ist ein Nachmischen von bis zu 30 Sekunden Dauer nach der Granulatbildung zweckmäßig; längeres Nachmischen als maximal 30 Sekunden führt häufig zu breiigen Produkten. Das fertige Granulat, das keine oder nur geringe Mengen an staubfeinen Anteilen enthalten sollte, bestäubt man dann mit einem feinteiligen inerten Material und/oder einem feinteiligen Adsorptionsmittel, beispielsweise hochdisperse Kieselsäure und/oder Stärke, z. B. Kartoffelstärke und sprüht dann ein flüssiges Bindemittel, beispielsweise eine Zuckerlösung, auf. Dadurch

...

umhüllt man das Wirkstoffgranulat mit einer nach dem Trocknen weitgehend oder vollständig geschlossenen Schutzschicht aus Bindemittel und Zucker. Das Trocknen des so behandelten Granulats auf einen Wassergehalt von  
5 höchstens 6 Gew.-% ist erforderlich, um das Granulat gut rieselfähig, d. h., einwandfrei den Preßwerkzeugen zuführbar zu machen. Das Trocknen ist ferner erforderlich um ein Verkleben an den Tabletten-Preßwerkzeugen zu verhindern, ferner um auch nach der Lagerung gutlösliche  
10 Tabletten zu erhalten. Zweckmäßigerweise trocknet man beispielsweise in der Wirbelschicht bei maximal 90 °C Lufttemperatur. Nun erfolgt die Zugabe eines Tabletten-sprengmittels zu dem getrockneten Granulat, wobei sich Kombinationen von zwei verschiedenen Tabletten-sprengmit-  
15 teln besonders bewährt haben. Die Zugabe eines Tabletten-sprengmittels bewirkt einen schnellen Zerfall der Tablette in das Granulat, wenn die Tablette in Kontakt mit der Waschflotte kommt. Nach dem Abmischen mit Tabletten-sprengmittel erfolgt das Verpressen zu Tabletten. Die  
20 Preßwerkzeuge sind zweckmäßigerweise poliert, um ein Verkleben zu verhindern. Vorteilhaft ist aber die Verwendung von Preßwerkzeugen, die mit einer Antihafschicht beschichtet sind. Die Preßbedingungen und die Zusammensetzung der Tabletten gewährleisten die mechanische Sta-  
25 bilität einerseits und den raschen Zerfall der Tabletten bei der Anwendung andererseits.

An Wirkstoffen enthält das Verfahrensprodukt ein Gemisch aus wenigstens einem Aktivator für Perverbindungen, we-  
30 nigstens einem C<sub>12</sub>- bis C<sub>18</sub>-Alkholethoxylat, wenigstens einer stickstoffhaltigen Verbindung aus der quartäre Ammoniumverbindungen mit einem C<sub>10</sub>- bis C<sub>20</sub>-Alkyl- oder Alkenylrest und im übrigen C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkylresten, Anlagerungsprodukte von 1 bis 6 Mol Ethylenoxid an 1 Mol  
35 eines primären Fettamins mit einem langkettigen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 16 Kohlenstoffatomen, β-Aminoalkyl- oder -alkenylpropionsäure-Natriumsalz der ...

- Formel  $R-NH-CH_2-CH_2-COONa$ , in der R einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 20 Kohlenstoffatomen, insbesondere 12 bis 14 Kohlenstoffatomen bedeutet, umfassenden Gruppe, das man gegebenenfalls mit einer wäßrigen Lösung eines wasserlöslichen Salzes einer Alkanpolyphosphonsäure granuliert. Die Herstellung eines Granulats mit den genannten Wirkstoffen ist ein weiterer Gegenstand der Erfindung.
- 10 Als Aktivator für Perverbindungen sind N-Acyl- und O-Acylverbindungen geeignet. Besonders bewährt haben sich Acetylverbindungen. Beispiele hierfür sind Tetraacetyl-glykoloril oder Pentaacetylglucose oder insbesondere Tetraacetylethyldiamin. In Verbindung mit Perverbindungen
- 15 der gebräuchlichen Vollwaschmittel, insbesondere mit dem üblicherweise verwendeten Perborat, führen die genannten Bleichaktivatoren zu einer verbesserten Entfernung bleichbarer Textilverschmutzungen.
- 20 Als nichtionische Tenside kommen vor allem Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an Fett- oder insbesondere Oxoalkohole infrage, die 12 bis 18, vorzugsweise 14 bis 15 Kohlenstoffatome aufweisen. Die besten Wirkungen erzielt man mit Oxoalkohol-Ethoxylaten, die 3 bis 10, vorzugsweise
- 25 6 bis 8 und insbesondere etwa 7 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol enthalten. In vielen Fällen ist es zweckmäßig, Schaumregulatoren zuzusetzen; meistens muß die Schaumentwicklung gedämpft werden. Geeignete Schaumdämpfungsmittel sind beispielsweise die bekannten Silikonöle. Durch den Gehalt der erfindungsgemäßen Waschzusätze an nichtionischen Tensiden wird vor allem die Entfernung von fett- oder ölarartigen Verschmutzungen beim Waschen gefördert.
- 30

...

Der Verbesserung der Entfernung von Pigmentverschmutzungen aus Textilien dient der Gehalt der erfindungsgemäßen Mittel an bestimmten stickstoffhaltigen Verbindungen, beispielsweise an quartären Ammoniumverbindungen und/

5 oder primären Fettaminen und/oder den Verbindungen der Formel  $R-NH-CH_2-CH_2-COONa$ ; Geeignete quartäre Ammoniumverbindungen enthalten als langkettigen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 20, vorzugsweise Alkylgruppen mit 10 bis 16 und insbesondere etwa 14 Kohlenstoffatomen. Im

10 übrigen enthalten die geeigneten quartären Ammoniumverbindungen 3 gleiche oder verschiedene Alkylgruppen mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen. Insbesondere handelt es sich bei diesen kurzen Alkylgruppen um Methylgruppen. Eine besonders gut geeignete und daher bevorzugte quartäre Ammoniumver-

15 umbindung ist Tetradecyltrimethylammoniumbromid. Die quartäre Ammoniumverbindung kann ganz oder teilweise durch das oben genannte Fettamin-Ethoxylat ersetzt werden. Ein Beispiel für ein besonders gut geeignetes Fettamin-Ethoxylat ist das Anlagerungsprodukt von 2 Mol Ethy-

20 lenoxid an primäres Kokosalkylamin; dieses Produkt ist daher ebenfalls bevorzugt. Anstelle oder gemeinsam mit der quartären Ammoniumverbindung und dem Fettaminderivat kann auch eine Verbindung der Formel  $R-NH-CH_2-CH_2-COONa$  eingesetzt werden. Bevorzugt ist eine Verbindung, in der

25 R ein Kokosalkylrest ist.

Zur Komplexierung von störenden Schwermetallionen enthält der Waschzusatz zweckmäßigerweise geringe Mengen von Chelatbildnern. Besonders geeignet haben sich hierfür

30 wasserlösliche Salze von Alkanpolyphosphonsäure aus der Gruppe der Phosphonoalkanpolycarbonsäuren und der amino- und hydroxysubstituierten Alkanpolyphosphonsäuren, insbesondere die Alkalisalze der Amino-tris-(methylenphosphonsäure), Dimethylenaminomethandiphosphonsäuren, 1-Hydroxy-

35 ethan-1,1-diphosphonsäure, 1-Phosphonoethan-1,2-dicarbon-

säure, 2-Phosphonobutan-1,2,3-tricarbonsäure und insbesondere das Hexanatriumsalz der Ethylendiaminotetramethylenphosphonsäure.

- 5 Aus den genannten Wirkstoffen stellt man das Granulat her, indem man auf die Feststoffe, d. h. auf den Bleichaktivator und die quartäre Ammoniumverbindung, denen man gegebenenfalls als pulveriges Trägermaterial für die flüssigen oder pastösen Wirkstoffe beispielsweise hoch-
- 10 disperse Kieselsäure und Granulatsprengmittel zugemischt hat, die flüssigen bzw. verflüssigten oder gelösten Wirkstoffe, d. h. das nichtionische Tensid und gegebenenfalls den in Wasser gelösten Schwermetallkomplexbildnern aufsprüht. Ein als Granulatbestandteil geeignetes Sprengmit-
- 15 tel ist beispielsweise quellfähiges Magnesiumaluminiumsilikat.

- Der Gehalt des Granulats an Sprengmittel liegt vorzugsweise im Bereich von 1 bis 5 Gew.-% und an Trägermaterial
- 20 im Bereich von 5 bis 20 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Granulat ohne Schutzschicht.

- Um beim Verpressen Tabletten mit der erforderlichen Bruchfestigkeit zu erhalten und um einen Austritt des
- 25 nichtionischen Tensids und gegebenenfalls der übrigen Wirkstoffe aus dem Granulatkorn beim Verpressen zu verhindern, überzieht man die Granulatkörner mit einer Schutzschicht. Man bestäubt hierzu das Granulat mit dem genannten feinteiligen inerten Material und/oder dem
- 30 feinteiligen Adsorptionsmittel, besprüht das bestäubte Granulat mit einer wäßrigen Zuckerlösung, insbesondere Rohrzucker- oder Sorbitlösung und trocknet das Granulat. Das Granulat enthält etwa 50 bis 90 Gew.-% Wirkstoffe; der Rest sind Hilfsstoffe. Das Schüttgewicht des über ein 2 mm-Sieb gesiebten Granulats liegt bei 600 bis 700 g pro Liter.

...

Das mit einer Schutzschicht überzogene und getrocknete Granulat wird vorzugsweise mit 10 bis 20 Gew.-%, bezogen auf das Granulat, eines Tablettensprengmittels, vorzugsweise eines Gemisches aus zwei verschiedenen Tablettenspreng-  
5 mitteln, insbesondere eines Gemisches aus vernetztem Polyvinylpyrrolidon und/oder Celluloseethern und/oder quellfähigem Magnesiumaluminiumsilikat vermischt. Die Wirkung eines einzelnen Tablettensprengmittels kann durch Zusatz von bis zu 7 Gew.-% (bezogen auf das Tablettengewicht)  
10 eines Alkalisalzes kurzkettiger organischer Mono- oder Polycarbonsäuren, z. B. Na-Acetat oder Na-Citrat gesteigert werden. Im Fall der bevorzugten Zugabe eines Polyvinylpyrrolidon enthaltenden Tablettensprengmittelgemischs ist ein Gewichtsverhältnis von Polyvinylpyrrolidon zu dem zweiten Tablettensprengmittel im Bereich von 8 : 1  
15 bis 2 : 1 besonders bevorzugt.

Die Tablettenherstellung erfolgt, indem man aus dem getrockneten Granulat bei einem Druck von 500 bis 1000  
20 kp/cm<sup>2</sup> Tabletten mit einem Durchmesser von mehr als 30 mm und einer Höhe, die das 0,75- bis 1,1-fache des Tablettendurchmessers, wenigstens aber 25 mm beträgt, mit einer Dichte von 0,8 bis 1,2 g pro cm<sup>3</sup> und einer Bruchfestigkeit von 6 bis 12 kg verpreßt.

25 Zum Verpressen des Granulats sind die bekannten Exzenter- und Rundläuferpressen geeignet, sofern sie bei den oben angegebenen Tablettenabmessungen ein Verdichtungsverhältnis von ca. 2,2 : 1 bis 1,8 : 1 erreichen. Die 15 bis  
30 50 g schweren Tabletten enthalten ca. 10 bis 30 g Wirkstoffe in folgenden Mengenverhältnissen:

2 bis 30 Gew.-Teile nichtionisches Tensid,  
0,5 bis 20 Gew.-Teile quartäre Ammoniumverbindung  
und/oder Fettaminderivat und/oder  
35 Verbindungen der Formel  
$$R-NH-CH_2-CH_2-COONa,$$
  
2 bis 30 Gew.-Teile Aktivator für Perverbindungen,  
0 bis 5 Gew.-Teile Schwermetallkomplexbildner. ...



B E I S P I E L EBeispiel 1

In einem 130 l Lödige-Mischer wurden 5,16 kg Tetraacetyl-  
5 ethylendiamin, 1,9 kg Tetradecyltrimethylammoniumbromid,  
2,2 kg hochdisperse Fällungskieselsäure und 0,4 kg  
Magnesiumaluminiumsilikat unter ständigem Mischen mit  
einer Flüssigkeit aus 5,16 kg  $C_{14}/C_{15}$ -Oxoalkohol mit 7  
Mol Ethylenoxid, 1,3 kg einer 33 gewichtsprozentigen  
10 wäßrigen Lösung des Hexanatriumsalzes der Ethylendiamino-  
tetramethylenphosphonsäure und 0,26 kg eines schäumdäm-  
pfenden Silikonöls besprüht. Nach einem 30 Sekunden dau-  
ernden Nachmischen erhielt man ein gleichmäßiges Granu-  
lat, das sich "fettig" anfühlte. Unter weiterem Mischen  
15 gab man 0,9 kg hochdisperse Kieselsäure und 1,08 kg fein-  
teilige Kartoffelstärke hinzu; damit überzog man die  
Granulatoberfläche. Auf das Granulat sprühte man an-  
schließend 1,62 kg einer wäßrigen 70 gewichtsprozentigen  
Sorbitlösung zu und trocknete 3 Minuten lang mit Luft von  
20 50 bis 60 °C; der Wassergehalt des Granulats betrug  
5 Gew.-%.

Das getrocknete Granulat vermischte man anschließend  
schonend mit soviel vernetztem Polyvinylpyrrolidon (PVP)  
25 und Na-Carboxymethylcellulose (CMC) als Tablettenspreng-  
mittel, daß auf 80 Gew.-Teile Granulat 15 Gew.-Teile PVP  
und 5 Gew.-Teile CMC entfallen. Diese Vermischung erfolg-  
te in einem Patterson-Kelley-Cron-Flow- Blender. Man er-  
hielt ein beschichtetes Granulat mit einem Schüttgewicht  
30 von 535 g pro Liter.

...

In einer Excenterpresse erfolgte mit unbeschichtetem  
poliertem Preßwerkzeug die Pressung von 35 mm-Tabletten.  
Die Tabletten mit einer Höhe von 29,5 mm waren 28,5 g  
schwer und wiesen eine Bruchfestigkeit von 10 kg auf, die  
5 wie folgt bestimmt wurde:

In einem Tension und Compression Tester der Fa. Chatillon  
wurde die Tablette auf eine Matrize mit einer Fräsung,  
die etwas kleiner als der Tablettendurchmesser ist, ge-  
10 legt. Die Matrize wurde auf einem Amboß mit motorischer  
Kraft gegen ein Dynamometer mit keilförmiger Schneide  
bewegt. Die Bewegung wurde bis zum Bruch der Tablette  
fortgesetzt. Die beim Bruch der Tablette abgelesene Kraft  
ist die Bruchfestigkeit in kg. Diese Methode der Bestim-  
15 mung der Bruchfestigkeit ist in W.A. Ritschel, "Die  
Tablette", Edition Cantor KG, Aulendorf in Württemberg,  
1960, Seite 312 und 313 näher beschrieben.

Die erhaltenen Tabletten lösten sich innerhalb von  
20 6 Minuten in einem Waschgang mit 30 °C-Waschprogramm  
(Miele-Waschautomat, Typ 430) rückstandslos auf. Die  
damit gewaschene angeschmutzte Wäsche war trotz  
2/3-Soll-Dosierung eines Billigwaschmittels deutlich  
sauberer als ohne Zusatz einer Waschkraftverstärker-  
25 tablette.

...

16

Beispiel 2

Verwendete man das Grundgranulat von Beispiel 1 und be-  
stäubte 85 Gew.-Teile mit 10 Gew.-Teilen Polyvinylpyrro-  
lidon und 5 Gew.-Teilen quellfähigem Magnesiumaluminium-  
silikat, erhielt man aus dem Granulat (Schüttgewicht ca.  
600 g pro Liter), 30 g schwere Tabletten mit einer  
Bruchfestigkeit von ca. 8 kg. Nach 10 Minuten sind diese  
Tabletten in der Waschmaschine rückstandslos aufgelöst.

10

Beispiel 3

Vermischte man wie in den vorangegangenen Beispielen 83  
Gew.-Teile Grundgranulat mit 12 Gew.-Teilen Polyvinyl-  
pyrrolidon und 5 Gew.-Teilen wasserfreiem Natriumacetat,  
erhielt man ein Produkt mit einem Schüttgewicht von 580 g  
pro Liter; dieses Produkt ergab, mit beschichteten Werk-  
zeugen verpreßt, 27,5 g schwere Tabletten mit einer  
Bruchfestigkeit von 10 kg, die sich in der Waschmaschine  
in 5 Minuten rückstandslos auflösten.

20

...

25

30

**This Page Blank (uspto)**